

(d)

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-323396

(43)Date of publication of application : 26.11.1999

(51)Int.Cl. C11D 13/20

C11D 11/04

C11D 17/06

G03G 9/08

(21)Application number : 10-253763

(71)Applicant : NOF CORP

(22)Date of filing : 08.09.1998

(72)Inventor : SAWADA KOHEI
NAKAMURA SHINJI
ONODERA SHO

(30)Priority

Priority number : 09247211	Priority date : 11.09.1997	Priority country : JP
10 72813	20.03.1998	JP
10 72815	20.03.1998	JP
10 72816	20.03.1998	JP

(54) FINE METALLIC SOAP PARTICLE, PREPARATION THEREOF, AND USE THEREOF

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide fine metallic soap particles which have a very minute particle size, narrow particle size distribution and a low content of large size particles, a simple and efficient preparation process therefor, a toner comprising the fine metallic soap particles, and a cleaning assistant for image recording devices, particularly electrophotographic copying machines.

SOLUTION: Fine metallic soap particles which have an average particle size of $<4 \mu\text{m}$ upon production of the fine particles and contain particles of $>10 \mu\text{m}$ in an amount of 4 wt.% or less based on the total particles. In the production of the particles, an aqueous solution (a) containing 0.001-20 wt.% of a 4-30C fatty acid alkali metal salt or ammonium salt is mixed with an aqueous solution or dispersion (b) containing 0.001-20 wt.% of an inorganic metallic salt at a temperature below the crystal transition initiation temperature of the produced metallic soap to prepare a metallic soap slurry, which is then dried at a temperature below the crystal transition initiation temperature of the metallic soap.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

04.09.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

炭酸アンモニウム塩を用いた場合、水に対する溶解度が低く、水溶液濃度が低くなり、生産効率が低下する。本発明においては、(a)成分である脂肪酸水溶液中の上記脂肪酸のアルカリ金属塩又はアンモニウム塩の含有量は、0.001~20重量%の範囲で選ばれる。この含有量は、0.001重量%未満では得られない。金属石鹸量が反応液に対して著しく低くなるため、生産効率が低く、現実的ではない。また、20重量%を超えると、得られる金属石鹸粒子の平均粒径が大きくなるおそれがある。得られる金属石鹸の量及びその粒径などを考慮すると、水溶液中の上記脂肪酸のアルカリ金属塩又はアンモニウム塩の好ましい含有量は、0.5~15重量%の範囲である。

[0016] 本発明の(b)成分の無機金属塩の水溶液又は脂肪酸の調製に用いられる無機金属塩の例として、カルシウム、バリウム及びマグネシウムなどのアルカリ土類金属の塩化物、硫酸塩、炭酸塩、硝酸塩あるいは炭酸塩など、あるいは、チタン、亜鉛、銅、マンガン、カドミウム、水銀、ジルコニウム、鉛、鉄、アルミニウム、コバルト、ニッケル及び銅などの金属の塩化物、硫酸塩、硝酸塩、炭酸塩あるいは炭酸塩などを挙げることができる。これらの物質は単独で用いてもよく、二種以上を組み合わせて用いてもよい。本発明においては、(b)成分である無機金属塩の水溶液又は脂肪酸中の上記無機金属塩の含有量は、0.001~20重量%未満の範囲で選ばれる。この含有量は、0.001重量%未満では、得られる金属石鹸量が反応液量に対して著しく低くなるため、生産効率が低く、実用的ではない。また、20重量%を超えると、得られる金属石鹸粒子の平均粒径が大きくなるおそれがある。得られる金属石鹸の量及びその粒径などを考慮すると、水溶液又は脂肪酸中の上記無機金属塩の好ましい含有量は、0.001~10重量%の範囲である。

[0017] 前記(a)成分及び(b)成分の調製に用いられる水としては特に制限はなく、一般的に使用されるものを用いても良いが、イオン交換水、精製水、又は蒸留水などのように、金属イオンなどの不純物の少ないものが好ましい。本発明においては、前記(a)成分及び(b)成分の混合割合は、特に制限はなく、状況に応じて適宜選定すればよいが、通常は(b)成分中の無機金属塩に対する、(a)成分中の脂肪酸の当量比が0.9~1.1の範囲になるように選ぶのが有利である。その当量比が上記範囲を逸脱すると未反応原料が多くなり、その除去工程が必要となる場合がある。残存不純物を少なくするためには、該当量比は0.95~1.05の範囲が好ましい。

[0018] 本発明の方法における製造装置としては、(a)成分及び(b)成分を別々に混合槽内に供給し混合できるものが好ましく、特に(a)成分と(b)成分とを別々にできる限り高濃度に混合槽内に供給し混合でき

ることが好適である。例えば、各原料溶液(あるいは分散液)をそれぞれ別方向から混合槽に注入して各溶液(あるいは分散液)を混合すると同時に、混合槽から混合物を系外に排出するのが有利であり、この操作における装置としては、より効率がよい(a)成分及び(b)成分を均一に混合できるものを用い、これらの装置として、フロッジェットミキサー、ライノホモジナイザー及びサンディミルのようなラインミル等を用いるのが好ましい。また、(a)成分と(b)成分の反応後においては、未反応の脂肪酸のアルカリ金属塩又はアンモニウム塩が残存する場合は、混合槽から(a)成分と(b)成分が排出された後に、0.001~15重量%の無機金属塩を含有する水溶液又は分散液を混合する事で完全に未反応の脂肪酸のアルカリ金属塩又はアンモニウム塩を金属石鹸に反応させる事が出来る。本発明においては、(a)成分と(b)成分は、生成する金属石鹸の結晶転移開始温度以下、好ましくは該結晶転移開始温度より5℃以上低い温度で混合する事が必要である。ここで、結晶転移開始温度とは、金属石鹸の結晶構造が変化し始める温度のことであり、例えば図3のジエンステアレート交点Cを結晶転移開始温度とする。ジエンステアレート勾配の延長線と、吸熱開始後の勾配の延長線との交点を結晶転移開始温度とする。図4のカルシウムステアレートでは9.4℃、図5のマグネシウムステアレートでは7.3℃である。実際の混合時の温度は、得られる金属石鹸の脂肪酸組成及び金属の種類により異なるが、例えばカルシウムステアレートの場合7.0℃~9.4℃が好ましく、7.0℃未満の温度で反応を行う。(a)成分の原料の溶解度が低下し、目視観察は得られるが、最終的に得られる金属石鹸量が反応液量に対して低く生産効率が悪い。9.4℃を超える温度で反応を行うと、金属石鹸の微細粒子同士の凝集が起こり、平均粒径が大きくなることである。

[0019] 本発明においては、このようにして得られた金属石鹸スラリーは、一般的に用いられる遠心装置を使用して金属石鹸ケーキと油液に分離する。この金属石鹸ケーキは、不純物量を低下させるために、温水などで十分に洗浄した後、乾燥処理する事により、金属石鹸粒子が得られる。この金属石鹸ケーキの乾燥処理は、得られる金属石鹸微細粒子の結晶転移開始温度以下好ましくは該結晶転移開始温度より5℃以上低い温度で行う。具体的な乾燥温度は、得られる金属石鹸の種類により異なるが、例えばジエンステアレートの場合10.0℃以下である。金属石鹸の結晶転移開始温度よりも高い温度で乾燥処理すると、微細粒子同士の凝集が起こり、平均粒径が大きくなるおそれがある。金属石鹸ケーキの乾燥処理は、常圧で行ってもよいが、効率的に乾燥するため、混合により、減圧乾燥や真空乾燥を行ってもよく、あるいは低沸点溶剤などで金属石鹸ケーキを洗浄処理し

た後、得られた金属石鹸ケーキを乾燥してもよい。この際用いられる低沸点溶剤としては、金属石鹸から水を効率的に除去しうるものが好ましく、例えばメタノール、エタノール、アセトン及び塩化メチレンなどが挙げられる。[0020] このようにして、平均粒径が4µm以下であり、かつ、1.0µmより小さな粒径の粒子の全体に対する含有量が4重量%以下である事を特徴とする金属石鹸微粒子であり、 $R_g - R_h$ が3µm以下、及び/又は $R_D - R_g$ が6µm以下の金属石鹸微粒子を容易に製造する事ができる。本発明により得られる金属石鹸は、板状、鱗片状、棒状、針状、塊状あるいは樹状の粒子形状を有し、さらにそれらの層状あるいは樹状の2次凝集物、又は無定形の3次凝集物として得られる。なおここで得られる金属石鹸微粒子の平均粒径や粒径は、乾燥処理後に測定したものであり、粉碎や分級を行っていないものである。

[0021] 次に、該金属石鹸を電子顕微鏡用トナー組成物(現像剤)に使用する場合について詳細に説明する。本発明の金属石鹸微粒子をトナー組成物に含有させて本発明のトナー組成物を調製するにあたって、特にその方法は限定しないが、通常トナー組成物の製造において用いられる添加剤の含有方法を適用して良い。例えば、トナー粒子作成前又は作成中に金属石鹸を添加するが、又はトナー粒子を作成した後に、金属石鹸をブレンドする方法を用いることが出来る。本発明においてトナーに金属石鹸を添加して使用する際、トナーに対する添加量は特に規定しないが、一般的に用いられる金属石鹸の添加量で選定すればよい。具体的にはトナー用樹脂に対する添加量として0.05~50重量%、好ましくは0.1~50重量%、特に好ましくは0.5~30重量%、最も好ましくは2~30重量%である。2種類以上の金属石鹸を併用して使用する場合は、2種類以上の金属石鹸が全体で上述の範囲となるようにする。

[0022] トナーの現像方法は、乾式及び湿式のいずれでも良い。さらに乾式現像方式の場合は、所定2成分系現像剤を用いる方式、磁性1成分系現像剤を用いる方式、非磁性1成分系現像剤を用いる方式など、既知の任意の乾式現像方式で良い。トナー用樹脂は、特に限定されないが、一般的に150℃~200℃程度の軟化点を有するものが用いられ、具体的には、スチレン系樹脂、ポリオレフィン系樹脂、アクリル系樹脂及びポリエステル樹脂などの樹脂、及びそれらの混合樹脂などが挙げられる。

[0023] トナー用樹脂に添加される金属石鹸以外の添加剤としては、一般的に用いられるものが使用でき、例えばパラフィンワックス及びマイクロクリスタリンワックス等に代表される石油系などの長鎖炭化水素類、ドデシルアルコール、ラウリルアルコール、ミリス

チルアルコール、パルミチルアルコール、ステアリアルアルコール、アラキルアルコール及びヘンチアルコール等に代表される高級アルコール類、ドデカン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、リノール酸、リノール酸、アラキン酸、ペヘン酸、リグノセリン酸、モンタン酸及びセラコレイン酸等に代表される脂肪酸、コハ酸、マレイン酸及びフマル酸などの二価基の亜鉛塩、マグネシウム塩、カルシウム塩、カドミウム塩あるいはバリウム塩、パルミチン酸アミド、オレイン酸アミド、ラウリン酸アミド、ステアリン酸アミド、ペヘン酸アミド、メチレンビステアロアミド及びエチレンビスステアロアミド等に代表される高級脂肪酸アミド類、カルナバワックス、ミツワックス、モンタンワックス、ライソワックス及びキャンデリアワックスなど植物、動物及び鉱物由来に代表される長鎖脂肪酸とアルコールとのエステルからなる天然ロ

ウレン、流動又は固形のポリエチレンワックスやポリプロピレンワックスや、シリコンワニス、固形シリコンワックス、アミドワックスなどのワックス、グリセリンステアレート、グリセリンシノレート、グリセリンペンネート、ソルビタンステアレート、プロピレングリコールステアレート、ペンタエリスリトールステアレート、及びジペンタエリスリトールステアレート等に代表される多価アルコールエステル、マレイン酸エステル、マレイン酸ブチルエステル、ステアリン酸ブチルエステル、ステアリン酸エチルエステル、ステアリン酸プロピルエステル、パルミチン酸エチルエステル、モンタン酸エチルエステル、ステアリン酸シノレート、脂肪酸フロロカーボン、含フッ素系界面活性剤、四フッ化エチレン樹脂、酸化セリウム及び酸化ケイ素などの研削剤、コロイダルシリカ、酸化アルミニウムなどの流動性付与剤、ケーキング防止剤、カーボンブラ

ック及び酸化銅などの導電性付与剤などが挙げられる。[0024] 本発明においてはトナーに金属石鹸を添加して使用する際、使用するトナーはモノクロトナー又はカラートナーのいずれでもよく、トナーの使用用途に応じて着色剤を使用してよい。トナーに用いられる着色剤としては、従来からトナー用着色剤として使用されてきた染料及び顔料のすべてが適用される。例えば黒色顔料としては、カーボンブラック、酸化銅、酸化銀、二酸化マンガン、アニリンブラック、活性炭、非磁性フェライト及びマグネタイトなどが挙げられる。黄色顔料としては、黄鉛、亜鉛黄、黄色酸化鉄、カドミウムイエロー、ミネラルフアストイエロー、ニッケルチタンイエロー、ネーブルスイエロー、ナフトールイエロー-S、ハンザイエロー-G、ハンザイエロー-10G、ベンジンイエロー-G、ベンジンイエロー-GR、キノリンイエローレーキ、バ

原料 1	1-(1) パラベンジ酸ナトリウム 1-(2) スチレンチオフェンナトリウム 1-(3) スチレンチオフェンモノナトリウム 1-(4) ベンチンナトリウム 1-(5) オレフィンチオフェンナトリウム 1-(6) 水酸化ナトリウムモノナトリウム 1-(7) ナトリウムチオフェンナトリウム 1-(8) ステアリル酸 2-(1) 硬脂酸 2-(2) 酸化カルシウム 2-(3) 硬脂酸モノナトリウム 2-(4) 硬脂酸 2-(5) 硬脂酸ナトリウム 2-(6) 水酸化カルシウム 2-(7) 水酸化ナトリウム
原料 2	

9

		(a)成分			(b)成分		
		原料1	温度 (℃)	湿度 (重量%)	原料2	温度 (℃)	湿度 (重量%)
実 例	1	1-(1)	80	1	2-(2)	60	0.5
	2	1-(2)	85	0.5	2-(1)	85	0.2
	3	1-(2)	85	5	2-(1)	85	3
	4	1-(2)	85	10	2-(1)	85	3
	5	1-(2)	75	2	2-(5)	75	0.5
	6	1-(4)	75	10	2-(4)	75	3
	7	1-(5)	80	12	2-(6)	80	1
	8	1-(6)	80	7	2-(1)	80	7
	9	1-(1)	60	0.005	2-(1)	80	0.005
	10	1-(2)	60	14	2-(1)	80	8
比 較 例	11	1-(7)	70	0.03	2-(3)	70	0.01
	12	1-(7)	80	5	2-(1)	80	2
	13	1-(2)	80	30	2-(1)	80	25
	14	1-(5)	80	5	2-(3)	80	3
	15	1-(6)	70	15	2-(1)	80	25

第2版-1

[0035]

試料番号	混合条件		乾燥条件	試験温度	試験時間	試験位置
	混合方法	混合比 (g/g)				
1	A	0.90	水	70	常圧	73
2	A	1.00	メタノール	90	常圧	100
3	B	0.95	酸化メチレン	80	常圧	100
4	B	1.05	水	50	減圧	100
5	A	0.95	アセトン	70	常圧	145
6	A	0.98	酸化メチレン	60	常圧	106
7	B	0.95	水	80	減圧	83
8	B	1.10	水	80	減圧	103
9	A	0.98	水	80	常圧	100
10	A	1.02	エタノール/水	80	常圧	100
11	B	0.95	水	65	減圧	73
1	B	0.98	水	110	常圧	100
2	A	0.99	水	80	常圧	100
3	B	1.00	メタノール	80	常圧	73
4	混合方法	0.98	水	110	常圧	100
5	混合方法	-	煮沸水	-	常圧	94

2-1 第2章

【按3】

特開平11-323396

20

[illegible]

【0032】比較例4~5
第1期に示す原料1及び原料2を用いて、(a)成分及び(b)成分を調製した。成分及び(b)成分における原料1及び原料2の換算を算式に示す。さらに、上に、(a)成分及び(b)成分を用いて、下記の換算法及び溶媒比により金属元素含量を得た。この混合時の温度、混合方法及び(b)成分中の脂肪酸金属塩に對する(a)成分中の脂肪酸塩の当量比 (a/b) を算式に示す。

とに比較例4：複分解法・直径6センチのタービン型振子（振子）を、受容体装置付きの3リットルの受容容器を用意し、受容容器に振子を入れた後、第2表に示す様式に示す成分を投入し、第2表に示す温度に調整した。次に、この受容容器に第2表に示す成分を、30分かけて滴下した。全量仕込み終了後、反応時の温度状態を10分間熟成し、反応を終了させた。次に、このようにして得られた金属石鹸ラシーを精製し、得られた金属石鹸ケーキを2回水洗し、酸いで第2表に示す溶媒を用いて洗浄した。得られた洗浄後の金属石鹸ケーキを、第2表に示す乾燥条件にて乾燥した。金属石鹸ラシーを、さらに金属石鹸微粒子の精製、乾燥、貯留時の温度を第2表に示す。

【実施例5】：溶融法：高粘性物質を溶解可能な焼替装置に投入された1リットルの空間可能な反応容器を用意し、第2表に示す(a)成分を50.0gを反応容器に投入し、第2表に示す焼替装置を50rpmで回転させ、第2表に示す成分に調整した。次に、この反応容器に第2表に示す成分を投入し、反応容器を密閉した。焼替装置を回転させながら180分間反を行ない反応を結成させた。次に、このようにして得られた金属石炭酸粉末をミキサーにて十分に攪拌し、得られた金属石炭酸粉末を価値4.5μmのJIS標準ふるいを用いて分級を行い、金属石炭酸微粒子を得た。

92

[illegible]

【0031】次に、本発明を実施例により、さらに詳しく説明する。

実施例 1 ~ 11 及び比較例 1 ~ 3

第1表に示す原料1及び原料2をそれぞれ水に溶解し、(a)成分及び(b)成分を調製した。(a)成分及び(b)成分における原料1及び原料2の濃度を第2表に示す。さらに、金属塩ナトリウムが50.0 gとなるように、上記(a)成分及び(b)成分を、下配の混合方法A及び混合方法Bにより混合した。この混合時の温度、混合方法及び(b)成分中の無機塩当量に対する(a)成分中の脂肪族塩の当量比(a/b)を第2表に示す。

＜両相共存法＞A>直塩基6セシウムのタービン型炉を付する反応
タービン型炉の2つの受け容器を用いる。タービン型炉を350.0 rpmで回転させた。この受け容器に、第2表に示す濃度に調整した(a)成分及び(b)成分を、別方向から同時に投入した。なお、全量仕込み終了時間は40秒以内とした。全量仕込み終了後、反応時の温度状態は10分間継続し、反応を待たせた。次に、このようにして得られた金属スラグを焼通し、得られた金属スラグケーキを回収水洗し、焼いて第2表に示す溶媒を用いて焼弁した。得られた焼弁後の金属スラグケーキを、第2表に示す溶媒と水牛にて乾燥し、金属スラグ酸化物を得た。さらに金属溶媒酸化物粒子の結晶状態を移動開始温度を粒子に示す。

＜配合方法B＞定量ポンプにて（a）成分及び（b）成

られた。さらに、2000枚のランニング後において、像担持体表面が損なわれ、かつ良好なクリーニング状態が維持された。また、前記トナー組成物を60℃条件にて2ヶ月間放置したところ、トナー組成物のブロンキングは確認されなかった。その後このトナー組成物の画像出しを行ったところ、放置前と同様の、高画像状態で地肌汚れのない、鮮明な画像がえられた。

実施例13

製造例1において作成したトナー100重量部に、平均粒径が1.8 μ mであり、粒径10 μ m以上の粒子を含有する、 R_C-R_A が1.73 μ m、及び R_D-R_B が2.38 μ mであるカルシウムミリスチレート/カルシウムステアレート(1:1)配合品を1重量部添加した。市販のモノクロ複写機(キヤノン製LBP404G)に前記トナー組成物を装し、画像出しを行ったところ、高画像状態で地肌汚れのない、鮮明な画像がえられた。さらに、2000枚のランニング後において、像担持体表面が損なわれ、かつ良好なクリーニング状態が維持された。また、前記トナー組成物を65℃条件にて1ヶ月間放置したところ、トナー組成物のブロンキングは確認されなかった。その後このトナー組成物の画像出しを行ったところ、放置前と同様の、高画像状態で地肌汚れのない、鮮明な画像がえられた。

10042] 実施例14

製造例1において作成したトナー100重量部に、平均粒径が2.0 μ mであり、粒径10 μ m以上の粒子を含有する1%の、 R_C-R_A が1.50 μ m、及び R_D-R_B が2.18 μ mであるバリウムステアレート/ジノキスチアレート(3:1)配合品を0.5重量部添加した。市販のモノクロ複写機(キヤノン製LBP404G)に前記トナー組成物を装し、画像出しを行ったところ、高画像状態で地肌汚れのない、鮮明な画像がえられた。さらに、2000枚のランニング後において、像担持体表面が損なわれ、かつ良好なクリーニング状態が維持された。前記トナー組成物を60℃条件にて1ヶ月間放置したところ、トナーのブロンキングは確認されなかった。その後このトナー組成物の画像出しを行ったところ、放置前と同様の、高画像状態で地肌汚れのない、鮮明な画像がえられた。

実施例15

製造例2において作成した各カラートナー100重量部に、平均粒径が0.8 μ mであり、粒径10 μ m以上の粒子を含有しない、 R_C-R_A が0.45 μ m、及び R_D-R_B が2.51 μ mであるマグネシウムステアレート/カルシウムステアレート(2:1)配合品を1重量部添加した。市販のカラー複写機(HITACH HT-4551-11)に前記トナー組成物を装し、画像出しを行ったところ、高画像状態で地肌汚れのない、鮮明な画像がえられた。さらに、2000枚のランニング後においても、像担持体表面が損なわれ、かつ、

良好なクリーニング状態が維持された。前記トナー組成物を60℃条件にて1ヶ月間放置したところ、トナー組成物のブロンキングは確認されなかった。その後このトナー組成物の画像出しを行ったところ、放置前と同様の、高画像状態で地肌汚れのない、鮮明な画像がえられた。

10043] 実施例16

製造例2において作成した各カラートナー100重量部に、平均粒径が1.7 μ mであり、粒径10 μ m以上の粒子の含有率が1重量%の、 R_C-R_A が1.66 μ m、及び R_D-R_B が1.87 μ mであるジノキスチアレート/トナー10重量部添加した。市販のカラー複写機(HITACH HT-4551-11)に前記トナー組成物を装し、画像出しを行ったところ、高画像状態で地肌汚れのない、鮮明な画像がえられた。さらに、2000枚のランニング後においても、像担持体表面が損なわれ、かつ良好なクリーニング状態が維持された。前記トナー組成物を50℃条件にて1ヶ月間放置したところ、トナー組成物のブロンキングは確認されなかった。その後このトナー組成物の画像出しを行ったところ、放置前と同様の、高画像状態で地肌汚れのない、鮮明な画像がえられた。

比較例6

製造例1において作成したトナーを市販のモノクロ複写機(キヤノン製LBP404G)に装し、2000枚のランニングテストを行ったところ、1000枚ごろからフィルムミリングが生じ、5000枚後には地肌汚れを起し、画像速度の遅い実用に達しない画像であった。ランニングテスト終了後において像担持体表面の状態を確認したところ、良好なクリーニング状態が維持されていなかった。

10044] 比較例7

製造例1において作成したトナー100重量部に、平均粒径が4.5 μ mであり、粒径10 μ m以上の粒子を10重量%含有する、 R_C-R_A が3.17 μ m、及び R_D-R_B が12.99 μ mであるジノキスチアレートを1重量部添加した。市販のモノクロ複写機(キヤノン製LBP404G)に前記トナー組成物を装し、2000枚のランニングテストを行ったところ、15000枚ごろから地肌汚れが生じ、画像速度の遅い実用に達しない画像であった。ランニングテスト終了後において像担持体表面の状態を確認したところ、像担持体表面が損なわれ、かつ良好なクリーニング状態が維持されていなかった。

比較例8

製造例1において作成したトナー100重量部に、平均粒径が5.1 μ mであり、粒径10 μ m以上の粒子を12重量%含有する、 R_C-R_A が3.67 μ m、及び R_D-R_B が13.83 μ mであるカルシウムミリスチレート/ジノキスチアレート(1:1)配合品を3重量部添加

に、平均粒径が5.3 μ mであり、粒径10 μ m以上の粒子を11重量%含有する、 R_C-R_A が3.61 μ m、及び R_D-R_B が13.01 μ mであるニッケルステアレート/ジノキスチアレート(2:1)配合品を1重量部添加した。市販のカラー複写機(HITACH HT-4551-11)に前記トナー組成物を装し、2000枚のランニングテストを行ったところ、7500枚ごろからフィルムミリングが生じ、9500枚後には地肌汚れを起し、画像速度の遅い実用に達しない画像であった。ランニングテスト終了後において像担持体表面の状態を確認したところ、像担持体表面が損なわれ、かつ良好なクリーニング状態が維持されていなかった。また前記トナー組成物を60℃条件にて2週間放置したところ、トナー組成物の一部にブロンキングが生じた。

比較例13

製造例2において作成した各カラートナー100重量部に、平均粒径が8.5 μ mであり、粒径10 μ m以上の粒子を27重量%含有する、 R_C-R_A が6.12 μ m、及び R_D-R_B が18.41 μ mであるバリウムステアレート/カルシウムステアレート(4:1)配合品を0.5重量部添加した。市販のカラー複写機(HITACH HT-4551-11)に前記トナー組成物を装し、2000枚のランニングテストを行ったところ、5000枚ごろからフィルムミリングが生じ、2000枚後には地肌汚れを起し、画像速度の遅い実用に達しない画像であった。ランニングテスト終了後において像担持体表面の状態を確認したところ、像担持体表面が損なわれ、かつ良好なクリーニング状態が維持されていなかった。また前記トナー組成物を60℃条件にて2週間放置したところ、トナー組成物の一部にブロンキングが生じた。

10047] 実施例17〜22及び比較例14〜21

次に、炭金黒石炭微粒子を電子複写機用クリーニング剤に使用する場合の実施例を示す。また、実施例に用いる装置としては、特開平7-160165に記載される、図5に示した装置図に基づく画像形成装置を採用した。

実施例17

平均粒径が1.3 μ mであり、粒径10 μ m以上の粒子を含有しない、 R_C-R_A が1.51 μ m、及び R_D-R_B が2.21 μ mであるジノキスチアレートの粉体を、ロール状ブラジを用いて、傾斜aから、回転させた像担持体の表面に散布しながら、特開平4-127177に記載される非磁性成分系現像剤(以下トナーA)を用いて画像出しを行ったところ、高画像状態で地肌汚れのない、鮮明な画像がえられた。また、2000枚のランニングテストを行ったところ、2000枚目の印刷物においても高画像状態で地肌汚れのない、鮮明な画像がえられた。また、ランニングテスト終了後において

製造例2において作成した各カラートナー100重量部

した。市販のモノクロ複写機(キヤノン製LBP404G)に前記トナー組成物を装し、2000枚のランニングテストを行ったところ、12000枚ごろから地肌汚れが生じ、画像速度の遅い実用に達しない画像であった。ランニングテスト終了後において像担持体表面の状態を確認したところ、像担持体表面が損なわれ、かつ良好なクリーニング状態が維持されていなかった。

10045] 比較例9

製造例1において作成したトナー100重量部に、平均粒径が13.8 μ mであり、粒径10 μ m以上の粒子を61重量%含有する、 R_C-R_A が9.93 μ m、及び R_D-R_B が24.35 μ mであるカルシウムステアレート/トナー15重量部添加した。市販のモノクロ複写機(キヤノン製LBP404G)に前記トナー組成物を装し、2000枚のランニングテストを行ったところ、6000枚ごろから地肌汚れが生じ、画像速度の遅い実用に達しない画像であった。ランニングテスト終了後において像担持体表面の状態を確認したところ、像担持体表面が損なわれ、かつ良好なクリーニング状態が維持されていなかった。

比較例10

製造例2において作成したトナーを市販のカラー複写機(HITACH HT-4551-11)に装し、2000枚のランニングテストを行ったところ、1000枚ごろからフィルムミリングが生じ、6000枚後には地肌汚れを起し、画像速度の遅い実用に達しない画像であった。ランニングテスト終了後において像担持体表面の状態を確認したところ、良好なクリーニング状態が維持されていなかった。また前記トナー組成物を60℃条件にて2週間放置したところ、トナー組成物の一部にブロンキングが生じた。

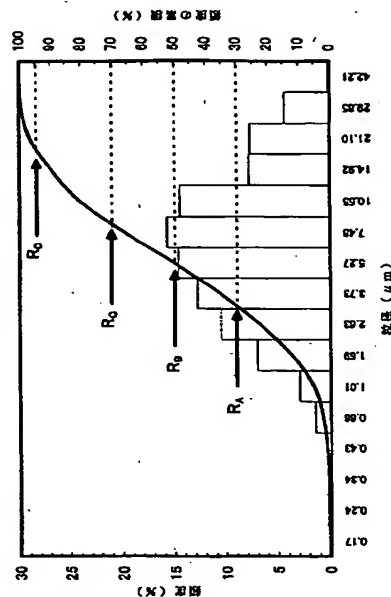
比較例11

製造例2において作成した各カラートナー100重量部に、平均粒径が7.5 μ mであり、粒径10 μ m以上の粒子を21重量%含有する、 R_C-R_A が5.52 μ m、及び R_D-R_B が15.36 μ mであるジノキスチアレートを5重量部添加した。市販のカラー複写機(HITACH HT-4551-11)に前記トナー組成物を装し、2000枚のランニングテストを行ったところ、8000枚ごろからフィルムミリングが生じ、11000枚後には地肌汚れを起し、画像速度の遅い実用に達しない画像であった。ランニングテスト終了後において像担持体表面の状態を確認したところ、像担持体表面が損なわれ、かつ良好なクリーニング状態が維持されていなかった。また前記トナー組成物を60℃条件にて2週間放置したところ、トナー組成物の一部にブロンキングが生じた。

10046] 比較例12

製造例2において作成した各カラートナー100重量部

【図2】



【図2】従来の金属石炭（ジンクスステアレート）の粒度分布及び粒度累積を示すグラフである。

【図3】ジンクスステアレートの結晶転移開始温度を求めるための示差熱分析による熱吸収グラフである。

【図4】カルシウムステアレートの結晶転移開始温度を求めるための示差熱分析による熱吸収グラフである。

【図5】マグネシウムステアレートの結晶転移開始温度を求めるための示差熱分析による熱吸収グラフである。

【図6】本発明のクリーニング動機が適用される画像形成装置の一例を示す概略構成図である。

【図7】実施例3で作成した金属石炭微粒子の2000倍のSEM写真である。

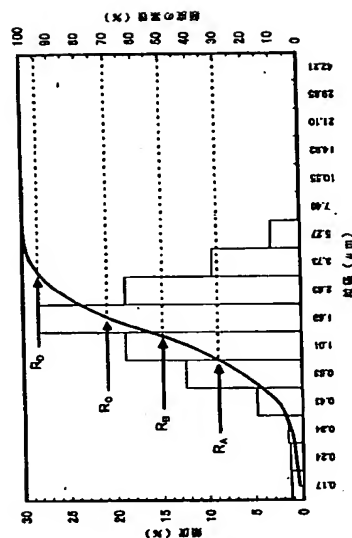
【図8】実施例3で作成した金属石炭微粒子の5000倍のSEM写真である。

【図9】実施例3で作成した金属石炭微粒子の15000倍のSEM写真である。

【図10】比較例4で作成した金属石炭微粒子の2000倍のSEM写真である。

【図11】本発明の金属石炭（ジンクスステアレート）の粒度分布及び粒度累積を示すグラフである。

【図1】

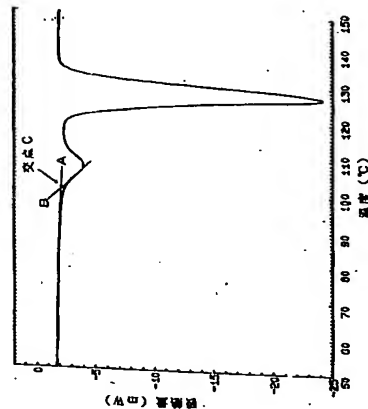


伴う化結晶形成成分の微細化、及び焼結度の増進化に伴う焼結用添加剤の微細化などに極めて有用である。本発明の製造方法により、著しく微細かつ粒度分布の狭い金属石炭微粒子を容易に、効率よく製造する事ができる。さらに、金属石炭を含有する電子複写機用トナーは、電子写真複写機内の像担持体表面を傷みならず、トナーの耐ブロッキング性、トナーの流動性、トナーの像担持体からの脱離性を向上させ、かつ像担持体に対して十分な可塑性を形成し、像担持体に付着したトナーのクリーニング性能を向上させることが出来る。また、金属石炭を含有する電子複写機等の画像記録装置用クリーニング剤を用いれば、特定の粒徑を有する金属石炭を像担持体に直接塗布するなどの方法を採用することにより、電子写真複写機内の像担持体表面を傷みならず、かつトナーの像担持体からの脱離性を向上させ、像担持体に付着したトナーのクリーニング性能を向上させることが出来る。

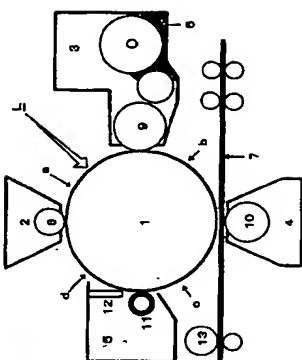
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の金属石炭（ジンクスステアレート）の粒度分布及び粒度累積を示すグラフである。

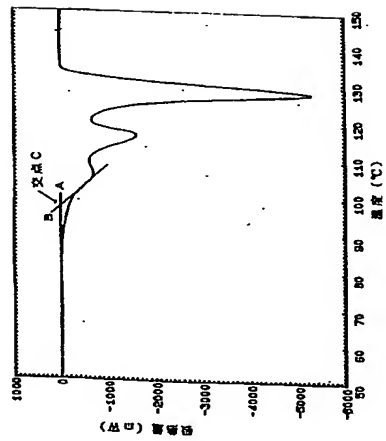
【図3】



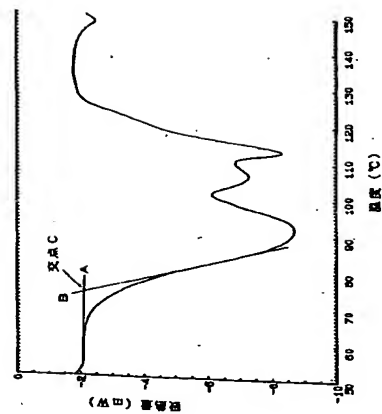
【図6】



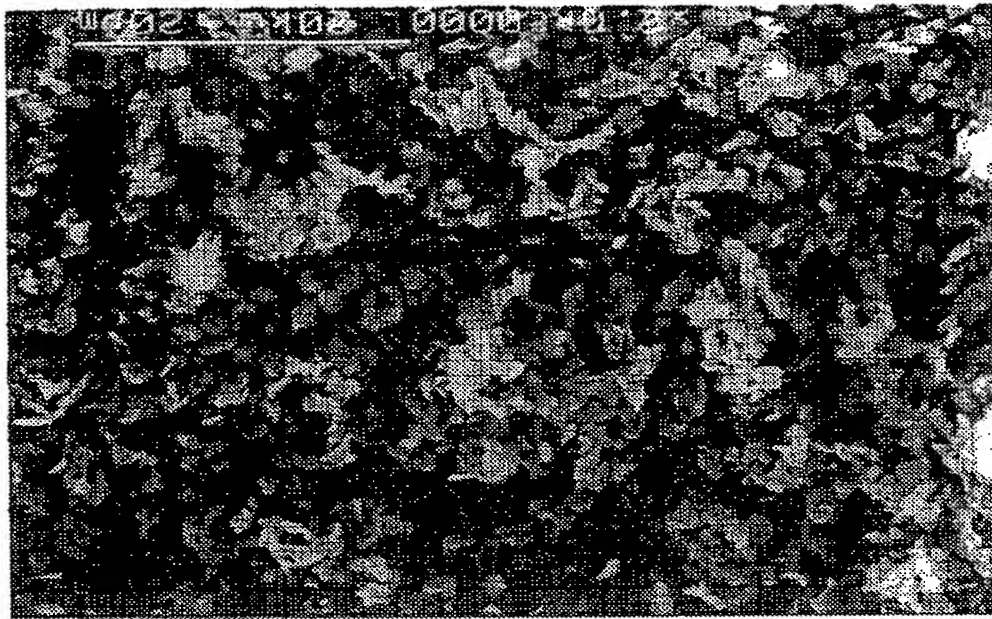
【図4】



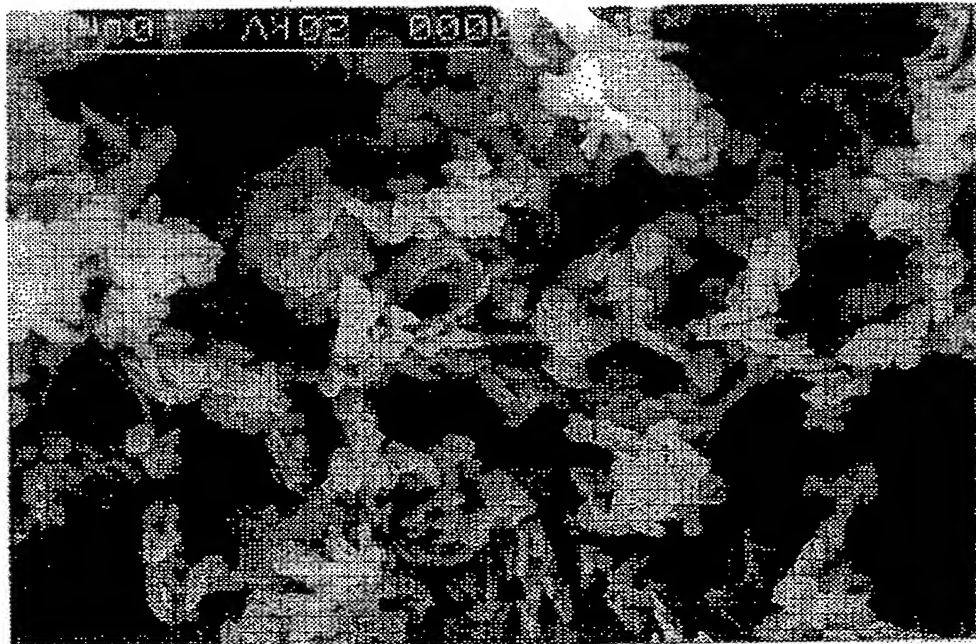
【図5】



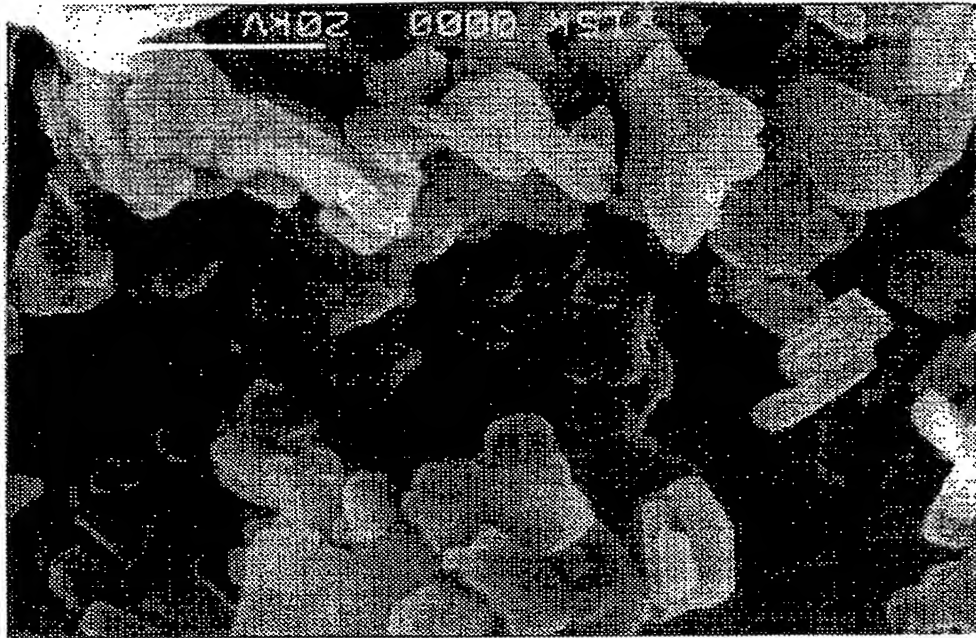
【図7】



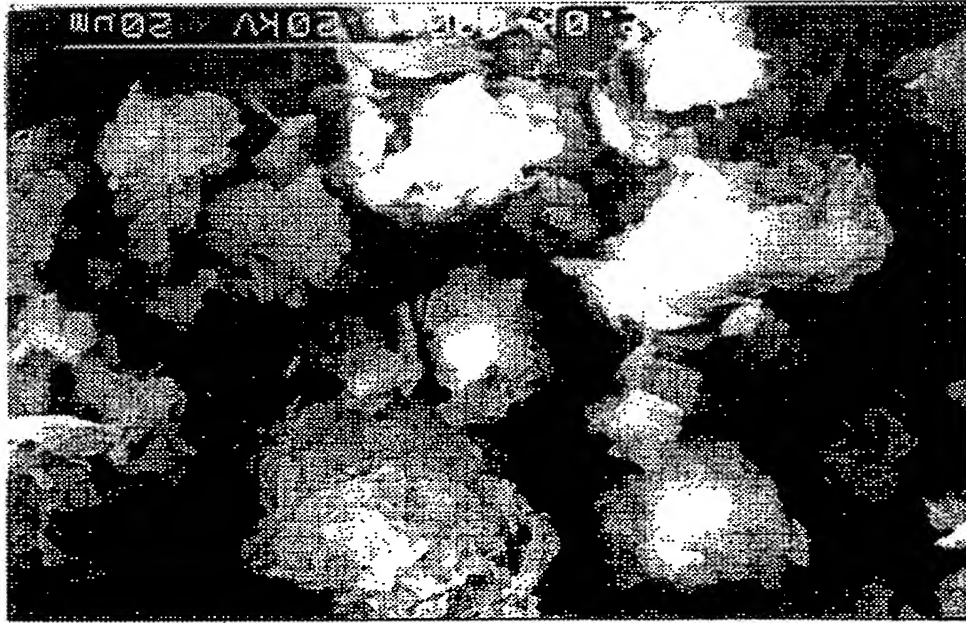
【図8】



【図9】



【図10】



フロントページの続き

- (31) 優先権主張番号 特開平10-72816
(32) 優先日 平10(1998) 3月20日
(33) 優先権主張国 日本(JP)

BEST AVAILABLE COPY